

W 和 Re 对固溶态镍基单晶高温合金变形和再结晶的影响*

濮晟^{1,2)} 谢光^{2,3)} 郑伟²⁾ 王栋^{2,3)} 卢玉章²⁾ 楼琅洪²⁾ 冯强¹⁾

1) 北京科技大学新金属材料国家重点实验室, 北京 100083

2) 中国科学院金属研究所, 沈阳 110016

3) 中国科学院金属研究所沈阳材料科学国家(联合)实验室, 沈阳 110016

摘要 镍基单晶高温合金固溶处理后, 分别经过 Brinell 硬度计压痕和吹砂引入变形, 热处理后观察再结晶, 研究了 W 和 Re 元素对固溶态镍基单晶高温合金变形和再结晶的影响. 结果表明, 加入 W 和 Re 后, 单晶高温合金变形后位错密度增大, 位错缠结增多, 再结晶形核时间滞后, 即再结晶孕育期延长, 再结晶深度明显减小. 单晶高温合金经吹砂后, 表面显微硬度明显增加, 加入 W 和 Re 后, 变形深度减小, 再结晶晶界迁移速率最大值降低, 且沿着再结晶深度方向, 晶界平均迁移速率的变化与显微硬度变化趋势一致.

关键词 镍基单晶高温合金, 再结晶, 位错, 显微硬度, W, Re

中图法分类号 TG132.3

文献标识码 A

文章编号 0412-1961(2015)02-0239-10

EFFECT OF W AND Re ON DEFORMATION AND RECRYSTALLIZATION OF SOLUTION HEAT TREATED Ni-BASED SINGLE CRYSTAL SUPERALLOYS

PU Sheng^{1,2)}, XIE Guang^{2,3)}, ZHENG Wei²⁾, WANG Dong^{2,3)}, LU Yuzhang²⁾, LOU Langhong²⁾, FENG Qiang¹⁾

1) State Key Laboratory for Advanced Metals and Materials, University of Science and Technology Beijing, Beijing 100083

2) Institute of Metal Research, Chinese Academy of Sciences, Shenyang 110016

3) Shenyang National Laboratory for Materials Science, Institute of Metal Research, Chinese Academy of Sciences, Shenyang 110016

Correspondent: XIE Guang, associate professor, Tel: (024)23971712, E-mail: gxie@imr.ac.cn

Supported by National Natural Science Foundation of China (No.50901079), National Basic Research Program of China (No.2010CB631201) and National High Technology Research and Development Program of China (No.2012AA03A513)

Manuscript received 2014-05-30, in revised form 2014-10-10

ABSTRACT Ni-based single crystal superalloys have been widely used for blades and vanes in gas turbine. However, recrystallization (RX) induced by residual strain has been a serious problem for the application of single crystal superalloys. In previous work, effect of microstructure, such as γ' , γ/γ' eutectics and carbides, as well as heat treatment parameters, on the RX behavior have been studied. However, the effect of alloy elements on the RX behavior has rarely been reported. Therefore, in this work, the effect of the important solution strengthening elements,

*国家自然科学基金项目 50901079, 国家重点基础研究发展计划项目 2010CB631201 和国家高技术研究发展计划项目 2012AA03A513 资助
收到初稿日期: 2014-05-30, 收到修改稿日期: 2014-10-10

作者简介: 濮晟, 男, 1981 年生, 工程师

DOI: 10.11900/0412.1961.2014.00292

W and Re, on the deformation and RX of solution heat treated Ni-based single crystal superalloys was investigated. At first, two single crystal superalloys were prepared, and W and Re were added into one alloy among them. After solution heat treatment, these two single crystal superalloys were deformed by shot-peening or Brinell indentation. Then these deformed samples were heat treated to observe the microstructure of RX. It indicated that RX depth decreased with the addition of W and Re irrespective of deformation mode and heat treatment temperature. Short time heat treatment experiment of indented and shot-peened samples both indicated that incubation period of RX was prolonged and nucleation of RX was slowed with the addition of W and Re, which verified that RX was suppressed by W and Re. After shot-peening, micro-hardness of the alloy with W and Re increased, but the depth of deformation zone was obviously reduced. Higher density of dislocation was found in the single crystal superalloy with W and Re, and also lots of dislocation tangles were observed. So, in this alloy, dislocation annihilated slowly, that is, recovery was slowed down, which prolonged the incubation period of RX. During the process of RX grain growth, the maximum RX grain boundary migration velocity was reduced with the addition of W and Re. Moreover, the change of mean RX grain boundary migration velocity showed the same trend with the micro-hardness along the direction of RX depth.

KEY WORDS Ni-based single crystal superalloy, recrystallization, dislocation, micro-hardness, W, Re

高温合金具有较高的高温强度、优良的抗高温氧化和抗热腐蚀性能、优异的蠕变与疲劳抗力、良好的长期组织稳定性, 广泛应用于航空、航天、能源、核工业、石化等领域, 是国防武器装备和国民经济建设不可或缺的关键结构材料。但是, 晶界在高温下是材料的薄弱位置, 容易导致部件失效。为了满足高推重比航空发动机涡轮进口温度不断提高的要求, 发展了定向凝固柱晶和单晶高温合金, 消除了横向晶界甚至全部晶界, 极大地提高了高温合金部件的承温能力^[1,2]。单晶高温合金在先进航空发动机和地面燃汽轮机中得到广泛应用, 其制造和应用能力已成为衡量一个国家材料发展水平的重要标志之一^[2,3]。

单晶高温合金及其部件的制备需要经过铸造、脱壳、吹砂、打磨、机加、热处理、检测等复杂工序。在诸多复杂工序中, 表面或局部变形很难避免。单晶铸件变形后, 在随后的高温固溶处理或者高温服役中, 极易诱发再结晶^[3]。再结晶的产生重新引入了横向晶界, 导致单晶高温合金部件的力学性能急剧下降^[4-8], 成为单晶高温合金部件使用中的重大隐患。

因此, 针对单晶高温合金的再结晶问题, 研究人员进行了广泛的研究, 主要包括热处理温度、时间和气氛^[9,10]、变形方式、应变^[11-13]、第二相粒子^[14-16]等因素对单晶高温合金再结晶的影响。然而, 作为合金的本质属性, 合金成分对单晶高温合金再结晶影响方面的研究却较少^[17-19]。一定含量的微量元素C通过形成碳化物阻碍再结晶^[17,18]。 γ' 形成元素Al, Ti的含量增加, 使再结晶得到极大的抑制^[19]。而关于固溶强化元素对单晶高温合金再结晶的影响, 目前尚

未见报道。因此, 本工作选择单晶高温合金中重要的固溶强化元素W和Re, 研究它们对单晶高温合金再结晶的影响。

1 实验方法

实验所用材料为镍基单晶高温合金。首先通过真空感应熔炼不含W和Re的母合金, 将母合金切成约3 kg的小段, 通过ZCD-10高梯度液态金属冷却定向凝固炉(LMC)制备不含W, Re和含有W, Re的单晶高温合金试棒(单晶制备过程中加入W和Re), 化学成分如表1所示, 分别命名为DD00和DD0WR。单晶高温合金试棒直径为10 mm, 长200 mm, 沿<001>晶体学方向生长。通过电火花线切割从单晶试棒中切取直径为10 mm, 长5 mm的圆片, 进行固溶热处理, 随后水淬至室温, 以尽量消除 γ/γ' 相共晶和铸态不均匀 γ' 相对再结晶的影响。合金的固溶热处理制度分别为1250 °C, 2 h+1300 °C, 2 h+1310 °C, 4 h, 水冷(DD00)和1250 °C, 3 h+1330 °C, 10 h, 水冷(DD0WR)。

将上述固溶淬火的2种单晶合金圆片样品的(001)表面磨光, 分别进行Brinell硬度计压痕和吹砂变形处理。Brinell硬度计压痕所用载荷为500 kg, 保载时间为13 s。吹砂条件如下: 砂粒直径不大于75 μm , 吹砂平均压力为0.4 MPa, 吹砂时间为5 min。对部分压痕变形样品进行1310 °C, 4 h热处理, 同时对部分吹砂样品分别在1300, 1310和1330 °C进行4 h热处理后空冷。对部分压痕变形和吹砂变形的样品在1310 °C加热不同时间(0~300 s), 迅速水淬至室温。

所有样品使用电火花线切割的方法, 压痕样品沿压痕直径切开, 吹砂变形样品垂直于吹砂表面切

表 1 镍基单晶高温合金的名义化学成分

Table 1 Nominal chemical compositions of Ni-based single crystal superalloys

Alloy	(mass fraction / %)				
	Cr+Co+Mo	Ta+Al	W	Re	Ni
DD00	13	13	—	—	Bal.
DD0WR	13	13	6	4	Bal.

开. 样品截面经机械研磨、抛光和金相浸蚀, 使用 Axiovert200MAT 金相显微镜 (OM) 和 Hitachi S-3400N 扫描电镜 (SEM) 观察再结晶组织, 并测量再结晶深度, 再结晶深度的定义和测量方法见文献^[20]. 实验所选用的化学浸蚀剂为 4 g CuSO₄ + 80 mL HCl+ 20 mL C₂H₅OH.

将吹砂变形样品的截面磨光, 并机械抛光. 通过 Leco M-400-G 自动显微硬度计测量 2 种单晶合金样品截面从吹砂表面至样品内部的显微硬度, 加载载荷为 50 g, 保载时间为 13 s.

分别从压痕变形样品和压痕变形后经 1310 °C 短时间热处理样品的相同深度位置切取约 500 μm 厚的薄片样品, 样品平行于压痕面, 将薄片于砂纸上仔细研磨至 50 μm 以下. 从样品上取下一个直径为 3 mm 的圆片, 配制 10% 高氯酸和 90% 的酒精 (体积分数) 双喷电解液减薄样品, 制备成透射电镜样品. 最后在 Tecnai 20 透射电子显微镜 (TEM) 上观察样品的微观组织形貌.

2 实验结果

2.1 热处理再结晶组织

图 1 为 2 种单晶高温合金经过固溶热处理并淬火后 γ' 相的组织形貌, 即再结晶处理前的初始组织. 不含 W 和 Re 的 DD00 合金的 γ' 相近似呈立方形态, 但是其边角处较圆, 尺寸约为 120 nm. 含 W 和 Re 元素的 DD0WR 合金的 γ' 相形态更加趋近于立方形态, 尺寸较小, 约为 80 nm.

2 种单晶高温合金压痕变形后经过 1310 °C, 4 h 热处理的再结晶组织如图 2 所示. 样品表层基体因氧化导致 Cr, Al 等元素损失^[9], 经侵蚀后在 OM 下呈现较浅颜色. 观察 DD00 样品截面发现单晶组织几乎完全消失, 样品由几个再结晶晶粒构成, 再结晶晶粒尺寸巨大, 达到了毫米量级, 如图 2a 所示. DD0WR 合金在压痕周围产生了类似椭球形的再结晶区域, 晶粒尺寸约几百微米, 最大再结晶深度约为 1.1 mm, 如图 2b 所示. 这表明, 单晶高温合金中加入 W 和 Re 能有效的抑制再结晶的生长.

2 种单晶高温合金吹砂后, 经 1310 °C, 4 h 处理

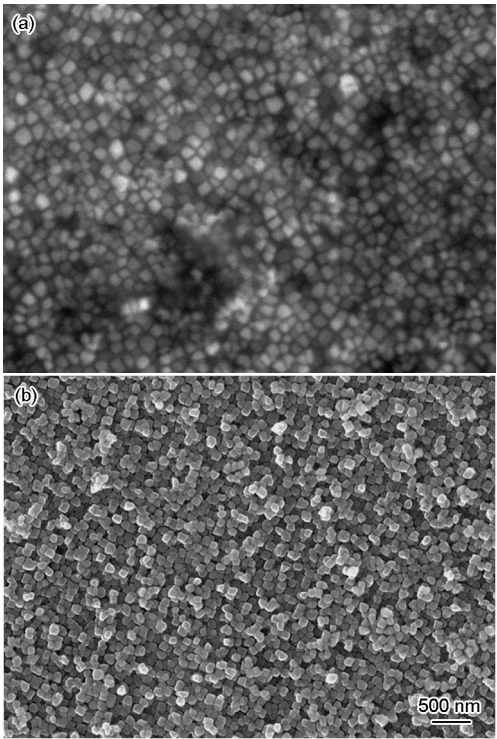


图 1 2 种镍基单晶高温合金固溶处理淬火后 γ' 相的 SEM 像

Fig.1 SEM images of Ni-based single crystal superalloy DD00 (a) and DD0WR (b) after solution heat treatment and water quench

的再结晶组织如图 3 所示. 图中黑色孔洞为高温固溶孔洞, 其产生过程及原因详见文献[21]. DD00 合金的再结晶晶粒尺寸和再结晶深度明显大于 DD0WR 合金. DD0WR 晶粒尺寸基本保持均匀, 而且产生了较多的退火孪晶 (图 3b).

对 2 种单晶高温合金吹砂后, 将分别经 1300, 1310 和 1330 °C 热处理 4 h 后的最大再结晶深度及平均再结晶深度值进行统计, 结果如图 4 所示. DD00 合金的再结晶深度明显大于 DD0WR 合金, 其最大再结晶深度值甚至达到 DD0WR 合金的 2~5 倍 (图 4a), 且随热处理温度升高, 再结晶深度差异越明显, 说明 DD00 合金某些位置的再结晶晶粒发展非常迅速. 最大再结晶深度代表局部再结晶的状态, 而平均再结晶深度则更具有全局意义. 同样, 由图 4b 可见, DD00 合金的平均再结晶深度也明显大于

chinaXiv:202303.00494v1

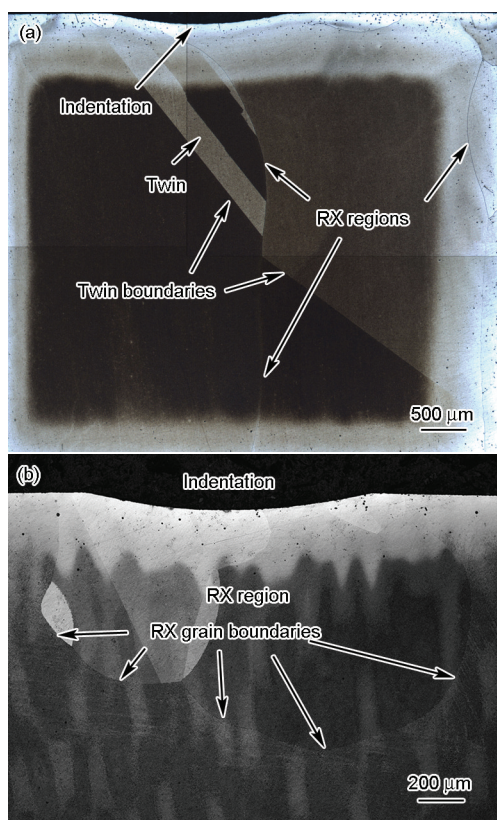


图2 2种镍基单晶高温合金压痕后经 1310 °C, 4 h 处理的再结晶组织的 OM 像

Fig.2 OM images of Ni-based single crystal superalloy DD00 (a) and DD0WR (b) after Brinell indentation and heat treated at 1310 °C for 4 h (RX—recrystallization)

DD0WR 合金, 随温度升高, 其平均再结晶深度的增幅也越大。

2.2 高温短时间热处理再结晶组织

为了了解 W 和 Re 对单晶高温合金再结晶形成与发展过程的影响, 对上述 2 种单晶高温合金压痕和吹砂变形后, 进行 1310 °C 下 10~300 s 短时间热处理, 并淬火保留瞬态组织。单晶高温合金样品压痕变形经过 60 和 120 s 热处理后的组织如图 5 所示。与图 3 类似, 图 5 中黑色孔洞为固溶微孔。DD00 合金经 1310 °C, 60 s 热处理后, 沿着压痕底部的弧形区域产生了一些再结晶晶粒(图 5a), 晶粒尺寸约为 100~200 μm, 然而 DD0WR 单晶合金还没有发生再结晶(图 5b)。热处理时间为 120 s 时, DD00 合金的再结晶区域迅速长大呈椭球形(图 5c), 再结晶晶粒尺寸达到毫米量级; DD0WR 合金发生再结晶(图 5d), 但深度明显较小, 在靠近压痕边缘产生了几个晶粒, 晶粒尺寸较小。

图 6 为在 1310 °C 短时间热处理样品的再结晶深度和再结晶晶粒个数的统计结果。图 6a 表明, 2 种

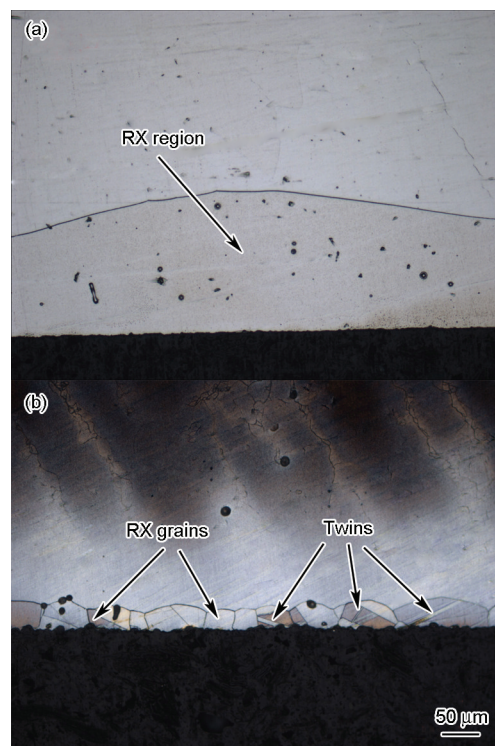


图3 2种镍基单晶高温合金吹砂后经 1310 °C, 4 h 处理的再结晶组织的 OM 像

Fig.3 OM images of DD00 (a) and DD0WR (b) after shot peening and heat treated at 1310 °C for 4 h

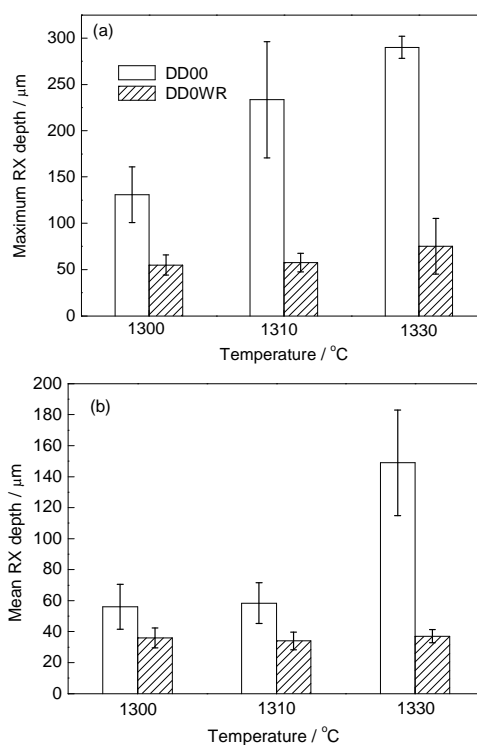


图4 2种镍基单晶高温合金吹砂变形后再经不同温度热处理后的再结晶深度

Fig.4 Maximum RX depth (a) and mean RX depth (b) for Ni-based single crystal superalloy after shot peening and heat treated at different temperatures

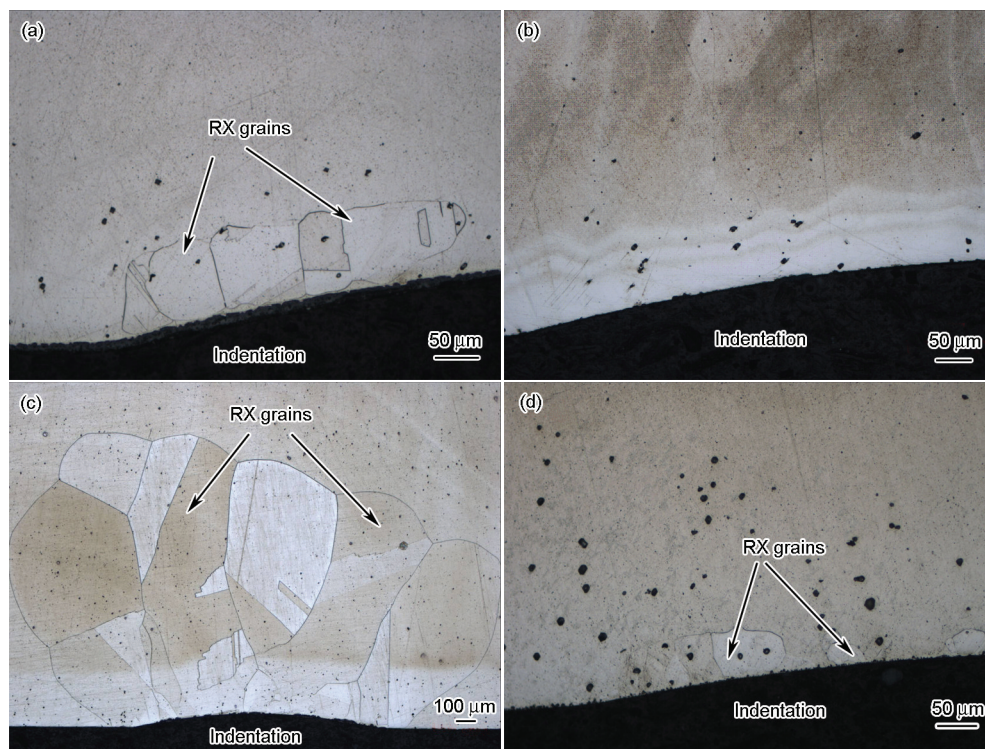


图5 2种镍基单晶高温合金压痕再经 1310 °C 短时间热处理后的 OM 像

Fig.5 OM images of DD00 (a, c) and DD0WR (b, d) after indentation and heat treated at 1310 °C for 60 s (a, b) and 120 s (c, d)

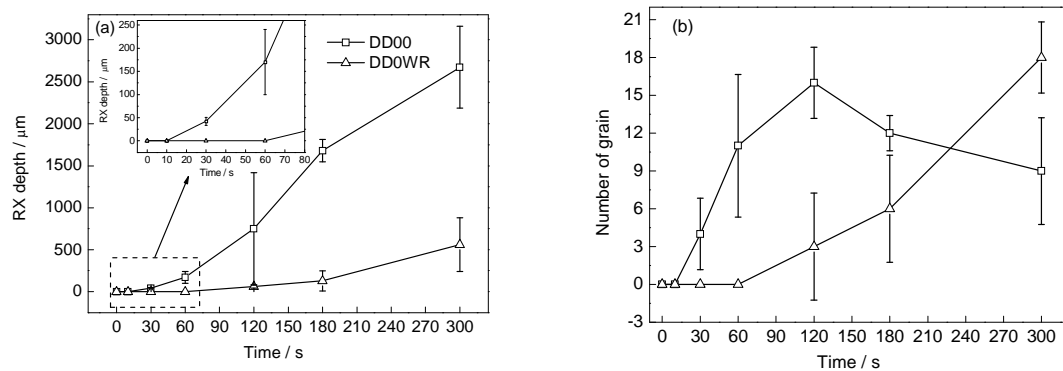


图6 2种镍基单晶高温合金压痕再经 1310 °C 热处理后的再结晶数据分析

Fig.6 RX depth (a) and number of grain of RX (b) for Ni-based single crystal superalloy after indentation and heat treated at 1310 °C for different times

单晶高温合金都存在再结晶的孕育期, DD00 合金的再结晶孕育期较短, 约为 10 s, DD0WR 合金再结晶孕育期较长, 约为 60 s, 加入 W 和 Re 延缓单晶高温合金的再结晶形核。与此同时, 2 种单晶高温合金的再结晶深度随着加热时间的延长而增加, 但是 DD0WR 合金的斜率较小, 再结晶生长较慢, 表明 W 和 Re 抑制再结晶的长大。图 6b 为 2 种单晶高温合金再结晶晶粒个数随热处理时间的变化(不包括孪晶)。当 DD0WR 合金还处于孕育期时, DD00 合金的晶粒个数近似呈线性增长, 说明此时间段内, 该合金再结晶形核占优, 即再结晶形核导致的晶粒数目

增加量大于再结晶晶粒合并导致的晶粒数目减少量。孕育期过后, DD0WR 合金的晶粒数目开始增长, 且一直处于增长阶段, 说明整个实验时间段内, 该合金的再结晶形核占优。然而, DD00 合金的再结晶晶粒数目在 120 s 后迅速减小, 参照图 5c 可以发现, 这是由于发生了再结晶的异常长大导致大量晶粒被吞并的结果。

2 种单晶高温合金吹砂后在 1310 °C 进行热处理 60 和 120 s 的组织如图 7 所示。60 s 热处理后, 与该时间段压痕所产生再结晶不同的是, 该时间段 2 种合金都已经度过再结晶孕育期, 发生了再结晶。

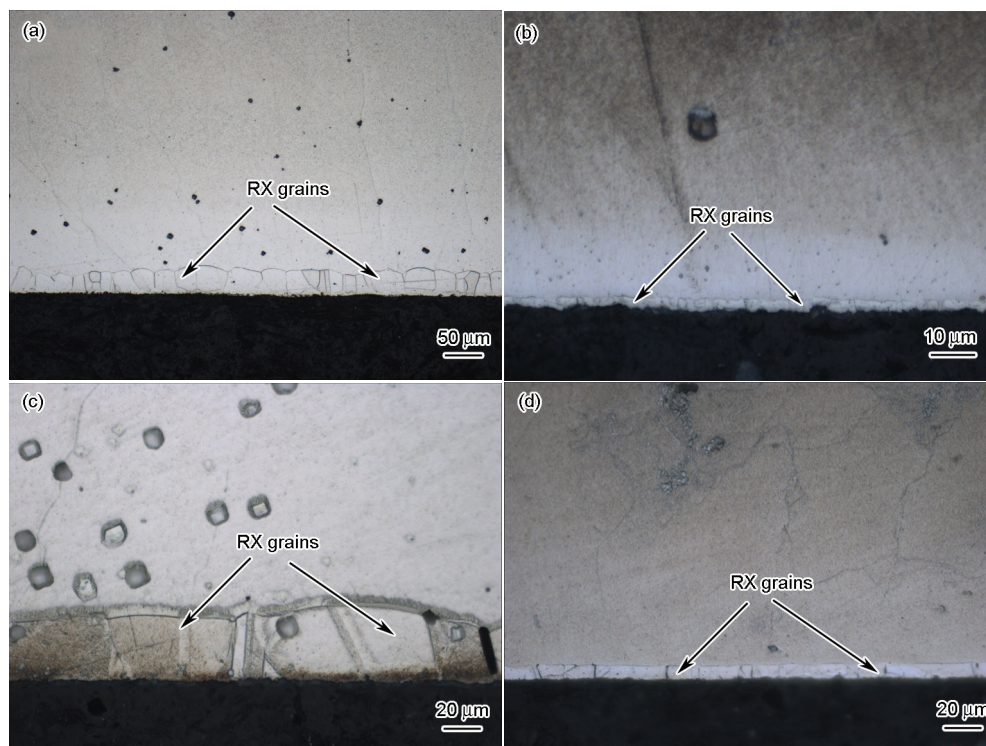


图7 2种镍基单晶高温合金吹砂后经1310 °C短时间热处理后的OM像

Fig.7 OM images of Ni-based single crystal superalloy DD00 (a, c) and DD0WR (b, d) after shot peening and heat treated at 1310 °C for 60 s (a, b) and 120 s (c, d)

DD00 合金在吹砂边缘产生了连续的再结晶层, 再结晶深度较大. DD0WR 合金中再结晶深度非常小 (图7b). 当热处理时间延长到120 s后, DD00 合金的再结晶继续增长. 而 DD0WR 合金的再结晶深度仍然较小.

图8为2种单晶高温合金吹砂后经1310 °C短时间热处理后的平均再结晶深度随时间的变化情况. DD00 合金再结晶孕育期为10 s左右, DD0WR 合金再结晶孕育期约为30 s, 即加入W和Re后延长吹砂变形单晶高温合金的再结晶孕育期. 孕育期过后, 随着时间的延长, 再结晶深度迅速增加. DD00 合金的平均再结晶深度明显大于 DD0WR 合金. 在再结晶深度增长初期(30~120 s), DD00 合金的平均再结晶深度增长速度明显大于 DD0WR 合金.

吹砂产生的再结晶形核于样品表面, 然后向样品内部和表面四周扩展长大, 沿着样品深度方向, 再结晶没有二次形核, 主要是表面形核的再结晶晶粒的长大, 这与文献[6,8,9,18]中报道一致. 由于没有二次形核, 再结晶深度等同于再结晶晶界迁移距离. 因此, 单位时间内平均再结晶深度的增长(图8中曲线的斜率)等同于单位时间内再结晶晶界平均迁移距离的增长, 即平均再结晶晶界迁移速率. 图9为单晶高温合金吹砂后经1310 °C短时间热处理后

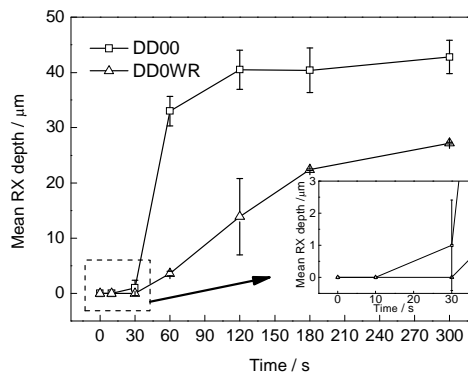


图8 2种镍基单晶高温合金吹砂后经1310 °C短时间热处理后的平均再结晶深度随时间的变化

Fig.8 Mean RX depth for Ni-based single crystal superalloy DD00 and DD0WR after shot peening and heat treated at 1310 °C for different times

的平均再结晶晶界迁移速率随时间的变化. 可以看到, 2种单晶高温合金的平均再结晶晶界迁移速率都是先增大后减小, 即平均再结晶晶界迁移速率存在一个最大值. 但是, 2种单晶高温合金的晶界迁移速率存在以下2个不同点: (1) 平均再结晶晶界迁移速率具有不同的最大值, DD00 合金的平均再结晶晶界迁移速率较大; (2) 平均再结晶晶界迁移速率的最大值出现的时间点不同, DD00 合金的晶界迁移速率出现在60 s, DD0WR 合金出现在120 s, 即平均

再结晶晶界迁移速率最大值延迟出现。

图10为2种单晶高温合金吹砂后经1310℃短时间热处理后的平均再结晶晶界迁移速率与平均再结晶深度之间的关系。平均再结晶深度等于距离吹砂表面的距离。在距离表面约35 μm的区域内, DD00合金平均再结晶晶界迁移速率保持增长, 直到出现速率最大值。而在这个区域内, DD0WR合金的平均再结晶晶界迁移速率则经历先增加后减小的过程, DD0WR合金平均再结晶晶界迁移速率最大值距离吹砂表面的距离较小。

2.3 显微硬度

合金的显微硬度表征了材料强度的大小, 而合金变形后的显微硬度差异也能在一定程度上反映由于变形而导致的强度增加。2种单晶高温合金经过吹砂变形后沿截面的显微硬度变化如图11所示。

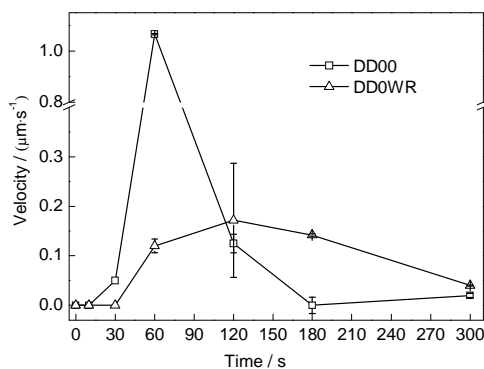


图9 2种镍基单晶高温合金吹砂后经1310℃短时间热处理后的平均再结晶晶界迁移速率随时间的变化

Fig.9 Mean RX grain boundary migration velocity for DD00 and DD0WR after shot peening and heat treatment at 1310℃ for different times

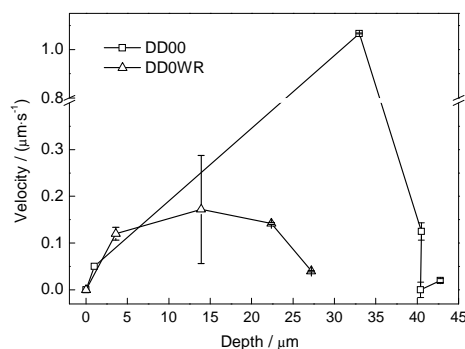


图10 2种镍基单晶高温合金吹砂后经1310℃短时间热处理的平均再结晶晶界迁移速率与平均再结晶深度的关系

Fig.10 Relationship between mean RX grain boundary migration velocity and mean RX depth after shot peening and heat treatment at 1310℃ for short time for Ni-based single crystal superalloy

可以看到, DD0WR合金显微硬度比DD00合金高; 经吹砂变形后, 2种合金的表层硬度明显增加, 然而DD0WR合金的显微硬度增加的范围 Δd_2 小于DD00合金(Δd_1), 即变形区域深度较小。

2.4 TEM像

图12为DD00和DD0WR合金经过压痕变形后的TEM像。由图12a可见, 经过压痕变形后, 在DD00中产生了明显的滑移带, 在滑移带内部, 位错相对较多, 而在滑移带之间, 位错却较为稀少。与DD00合金滑移带之间位错稀少不同的是, DD0WR合金中可以看到平行位错, 平行位错之间还产生了许多位错, 这些位错与平行位错之间相互缠结, 位

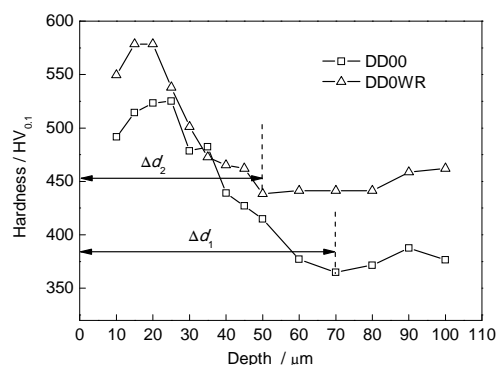


图11 2种镍基单晶高温合金吹砂变形后的显微硬度

Fig.11 Micro-hardness of Ni-based single crystal superalloy after shot peening (Δd_1 , Δd_2 —depths of deformation zones in DD00 and DD0WR, respectively)

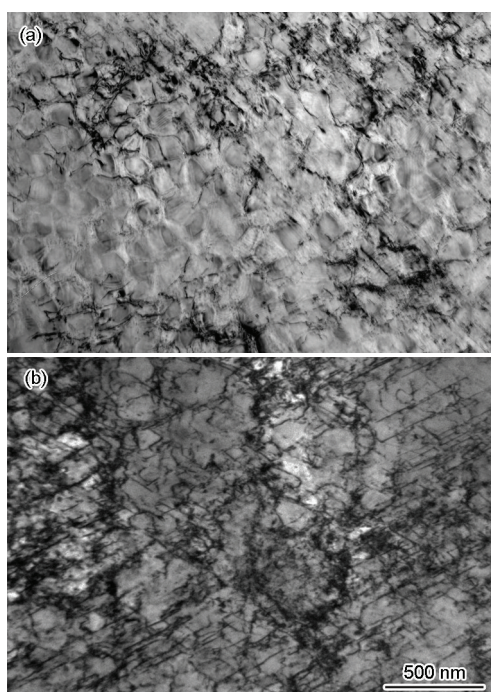


图12 2种镍基单晶合金经过压痕变形后的TEM像

Fig.12 TEM images of Ni-based single crystal superalloy DD00 (a) and DD0WR (b) after indentation

错密度较高,如图12b所示。

图13为DD00和DD0WR合金压痕变形后,经过1310℃,60s固溶处理淬火后的位错组态。由图13a可见,近似圆形的粒子为 γ' 相,箭头所示的位错在 γ' 相处部分弯曲,表明该位错可能正通过攀移的方式越过 γ' 相,通过大量类似位错的攀移,以实现回复过程。由于滑移带中位错分布较为分散,位错线长度相对较短,位错回复较快。DD0WR合金经过短时间热处理后,合金中仍可以看到许多的位错缠结,如图13b所示。与图12b相比,图13b的位错缠结结点区域大,从结点中心往外,位错间距变大,表明位错缠结开始部分松散。在DD0WR合金中,还可以

看到圆弧形弯曲的位错组态,弯曲圆弧的弧形尺寸与 γ' 粒子尺寸相当,表明变形时这些位错通过绕过机制越过 γ' 粒子,留下位错环,以实现位错的运动。然而此处几乎看不到位错环,说明位错环已经通过热激活攀移而消失。

3 分析讨论

3.1 W和Re对单晶高温合金变形的影响

对于不含C、B等微量元素的单晶高温合金而言,其强化机制主要包括固溶强化和 γ' 粒子强化等。单晶高温合金固溶处理后淬火,虽然时间极短,但是还是不可避免的析出 γ' 相。W和Re的加入使 γ' 粒子尺寸变小, γ' 体积分数变化不大。据文献[22]报道,在 γ' 粒子尺寸较小的范围内(约小于500nm),合金强度随 γ' 粒子尺寸减小而降低;然而显微硬度测试结果表明,DD0WR合金的显微硬度高于DD00合金。因此,DD0WR合金强度的增加应该来源于W和Re的固溶强化作用。在变形过程中,W和Re的加入阻碍位错运动,溶质原子与位错、位错与位错之间的相互作用增强,位错密度升高,从而使DD0WR合金变形后的显微硬度增加。由于DD0WR合金的强度较高,合金不易产生形变。因此,在相同的外加载荷下,DD0WR合金具有较小的变形深度,从而再结晶深度也较浅。

3.2 W和Re对单晶高温合金再结晶形核的影响

无论是压痕局部变形还是吹砂均匀变形,DD0WR合金的再结晶孕育期都明显比DD00合金要长,说明W和Re的加入延长了单晶高温合金的回复阶段,延缓单晶高温合金再结晶形核。再结晶孕育期,即回复阶段主要的组织变化包括空位消失、位错重组及消除等^[23]。DD0WR合金经变形后,位错密度较高,形成了大量的位错缠结和长位错,以至于在随后的热处理过程中,位错缠结难以通过位错运动而松散开来;同时大量的位错缠结也会阻碍其他位错的运动,延缓回复。图13c中可以看出DD0WR合金变形产生的位错较长,单根位错缠绕的 γ' 粒子数较多,位错绕过 γ' 粒子的阻力较大。因此,DD0WR合金中位错消除困难,合金具有较长的再结晶孕育期。此外,DD0WR合金位错运动较慢还可能与位错处溶质元素富集有关^[24]。

3.3 W和Re对单晶高温合金再结晶晶粒长大的影响

单晶高温合金再结晶晶粒的长大表现为再结晶晶界迁移。再结晶形核后,随着热处理时间延长,

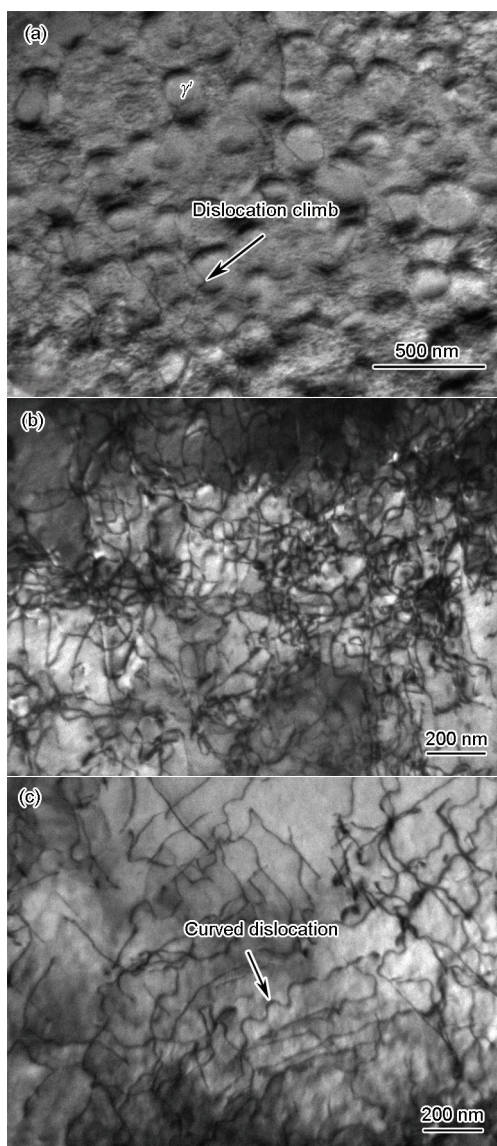


图13 2种镍基单晶高温合金压痕变形后经过1310℃,60s处理后的TEM像

Fig.13 TEM images of Ni-based single crystal superalloy DD00 (a) and DD0WR (b, c) after indentation and heat treatment at 1310 °C for 60 s

晶界发生迁移,再结晶晶粒迅速长大,但DD0WR合金晶粒长大速率,即晶界迁移速率明显低于DD00合金.再结晶晶界迁移速率可以表述如下^[25]:

$$v = MP \quad (1)$$

式中, v 为再结晶晶界迁移速率, M 为晶界迁移率, P 为作用于再结晶晶界的压力. 研究^[25]表面, 溶质原子含量增加, 将降低合金再结晶晶界迁移率 M , 由此推断, 加入6%W和4%Re将导致再结晶晶界迁移率 M 降低. 再结晶晶界压力 P 为再结晶晶界迁移驱动力 P_d 与再结晶晶界迁移阻力之差, 其中 P_d 主要来自变形储存能. W和Re的加入使DD0WR合金位错密度升高, 因此, 该合金的再结晶晶界迁移驱动力较高. 再结晶晶界迁移阻力包括溶质拖拽力 P_{sol} 和粒子 Zener 钉扎力 P_z . W和Re具有较大的原子半径(分别为Ni原子的1.25和1.22倍), 而且具有较高的扩散激活能^[26], 它们在位错和 γ/γ' 界面处的富集^[24,27,28] 将增加溶质拖拽力 P_{sol} . Zener 钉扎力 P_z 与粒子半径呈反比, 因而DD0WR中的 γ' 粒子尺寸较小(图1), P_z 增大. 综上分析, 虽然W和Re的加入使单晶高温合金DD0WR的 P_d 增加, 但是由于溶质拖拽力 P_{sol} 和 Zener 钉扎力 P_z 的增加以及再结晶晶界迁移率 M 的减小, 使得DD0WR合金的再结晶晶界迁移速率降低, 再结晶深度减小.

2种吹砂变形单晶高温合金中的平均再结晶晶界迁移速率存在一个最大值, 并且晶界迁移速率沿再结晶深度方向存在明显差异. 观察图10和11可以发现, DD0WR合金的最大显微硬度出现在距表面约15~20 μm 区域, 而其平均再结晶晶界迁移速率的最大值出现在约15 μm 的位置; DD00合金的显微硬度最大出现在距表面15~25 μm 区域, 而其平均再结晶晶界迁移速率的最大值出现在约25~35 μm 的位置, 出现显微硬度最大值区域与平均再结晶晶界迁移速率的最大值区域基本吻合. 显微硬度值升高, 说明位错密度增加, 再结晶晶界迁移驱动力增大, 致使再结晶晶界迁移速率提高. 虽然DD0WR合金显微硬度最大值距离表面的距离较小, 但是由于该合金再结晶孕育期较长, 再结晶晶界迁移速率较慢, 使得该合金平均再结晶晶界迁移速率的最大值延迟出现.

4 结论

(1) W和Re的加入减小了单晶高温合金压痕局

部变形和吹砂均匀变形并热处理后产生的再结晶的深度, 即W和Re的添加, 抑制了单晶高温合金的再结晶.

(2) W和Re使单晶高温合金再结晶孕育期延长, 这与该合金位错消除较慢, 从而延长回复阶段有关.

(3) W和Re提高了单晶高温合金显微硬度, 从而减小了单晶高温合金吹砂变形后的变形区域, 最终减小单晶高温合金再结晶.

(4) W和Re的加入使单晶高温合金平均再结晶晶界迁移速率减小; 沿着再结晶深度方向, 吹砂变形样品再结晶晶界平均迁移速率的变化与显微硬度变化趋势一致.

参考文献

- [1] Huang Q Y, Li H K. *Superalloy*. Beijing: Metallurgy Industry Press, 2000: 4
(黄乾尧, 李汉康. 高温合金. 北京:冶金工业出版社, 2000: 4)
- [2] Sims C T. *Superalloy II*. New York: John Wiley & Sons, 1987: 1
- [3] Reed R C. *The Superalloys: Fundamentals and Applications*. Cambridge: Cambridge University Press, 2006: 121
- [4] Bürgel R, Portella P D, Preuhs J. In: Pollock T M, Kissinger R D, Bowman R R, Green K A, McLean M, Olson S, Schirra J J eds., *Superalloys 2000*, Warrendale: TMS, 2000: 229
- [5] Xie G, Wang L, Zhang J, Lou L H. *Metall Mater Trans*, 2008; 39A: 206
- [6] Wang D L, Jin T, Yang S Q. *Mater Sci Forum*, 2007; 546: 1229
- [7] Jo C Y, Cho H Y, Kim H M. *Mater Sci Technol*, 2003; 19: 1665
- [8] Khan T, Caron P, Nakagawa Y G. *J Met*, 1986; 38(7): 16
- [9] Xie G, Zhang J, Lou L H. *Scr Mater*, 2008; 59: 858
- [10] Okazaki M, Hiura T, Suzuki T. In: Pollock T M, Kissinger R D, Bowman R R, Green K A, McLean M, Olson S, Schirra J J eds., *Superalloys 2000*, Warrendale: TMS, 2000: 505
- [11] Zambaldi C, Roters F, Raabe D, Glatzel U. *Mater Sci Eng*, 2007; A454-455: 433
- [12] Bond S D, Martin J W. *J Mater Sci*, 1984; 19: 3867
- [13] Xie G, Wang L, Zhang J, Lou L H. *Scr Mater*, 2012; 66: 378
- [14] Paul U, Sahm P R, Goldschmidt D. *Mater Sci Eng*, 1993; A173: 49
- [15] Wang L, Xie G, Zhang J, Lou L H. *Scr Mater*, 2006; 55: 457
- [16] Wang L, Pyczak F, Zhang J, Singer R F. *Int J Mater Res*, 2009; 100: 1046
- [17] Liu L R, Sun X T, Jin T. *Mech Eng Mater*, 2007; 31(5): 9
(刘丽荣, 孙新涛, 金涛. 机械工程材料, 2007; 31(5): 9)
- [18] Wang L, Xie G, Lou L H. *Mater Lett*, 2013; 109: 154
- [19] Yoda R, Wantanabe T, Sato Y. *Jpn Inst Met*, 1969; 33: 862
- [20] Xie G. *PhD Dissertation*. Institute of Metal Research, Chinese Academy of Sciences, Shenyang, 2008
(谢光. 中国科学院金属研究所博士学位论文, 沈阳, 2008)

- [21] Shi Q Y, Li X H, Zheng Y R, Xie G, Zhang J, Feng Q. *Acta Metall Sin*, 2012; 48: 1237
(石倩颖, 李相辉, 郑运荣, 谢光, 张健, 冯强. 金属学报, 2012; 48: 1237)
- [22] Nathal M V. *Metall Trans*, 1987; 18A: 1961
- [23] Hong H U, Yoon J G, Choi B G, Kim I S, Jo C Y. *Scr Mater*, 2013; 69: 33
- [24] Ge B H, Luo Y S, Li J R, Zhu J. *Scr Mater*, 2010; 63: 969
- [25] Humphreys F J, Hatherly M. *Recrystallization and Related Annealing Phenomena*. 2nd Ed., London: Elsevier, 2004: 123
- [26] Janotti A, Krcmar M, Fu C L, Reed R C. *Phys Rev Lett*, 2004; 92: 085901
- [27] Ge B H, Luo Y S, Li J R, Zhu J. *Metall Mater Trans*, 2011; 42A: 548
- [28] Huang M, Cheng Z Y, Xiong J C, Li J R, Hu J Q, Liu Z L, Zhu J. *Acta Mater*, 2014; 76: 294

(责任编辑:罗艳芬)